

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/EP05/050988

International filing date: 04 March 2005 (04.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: DE  
Number: 10 2004 011 387.4  
Filing date: 05 March 2004 (05.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 08 June 2005 (08.06.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

**BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

25 MAY 2005

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung****Aktenzeichen:**

10 2004 011 387.4

EPO - DG 1

25. 05. 2005

**Anmeldetag:**

05. März 2004

(94)

**Anmelder/Inhaber:**L.U.M. Gesellschaft für Labor-, Umweltdiagnostik &  
Medizintechnik mbH, 12489 Berlin/DE**Bezeichnung:**Verfahren und Vorrichtung zur Charakterisierung von  
multiplen Proben einer Dispersionen**IPC:**

G 01 N 21/31

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**München, den 20. Mai 2005  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**  
Im Auftrag

Schäfer



10 2004 011 387.4

Patentanmeldung

Anmelder:

L.U.M. GmbH, 12524 Berlin, Rudower Chaussee 29.

Titel:

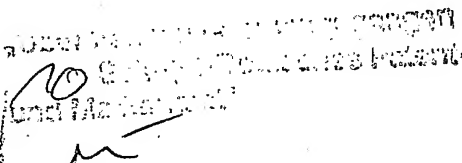
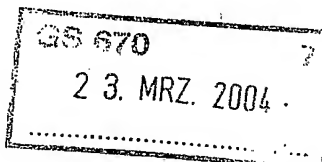
Verfahren und Vorrichtung zur Charakterisierung von multiplen Proben einer Dispersionen

**Beschreibung:**

Die Charakterisierung von flüssig-flüssig oder flüssig-fest Dispersionen z.B. bezüglich der Entmischungs- und Strukturstabilität ist eine wichtige Aufgabe in der Forschung, der Entwicklung neuer Produkte sowie in der produktionsnahen Qualitätskontrolle. Eine besondere Rolle spielt dabei auch die Korngröße sowie die Korngrößenverteilung.

Es sind eine Vielzahl von unterschiedlichen Messverfahren bekannt, welche sich bezüglich des physikalischen Messverfahrens, des Einsatzgebietes (z.B. Konzentration der Probe, Korngrößenbereich) sowie der Messmöglichkeiten (z.B. Auflösung, Größenverteilungsart, Messgenauigkeit) unterscheiden (Zitat Allan, Leschonski, Process). Allen bekannten Verfahren ist gemein, dass unterschiedliche Stoffparameter (z.B. Viskosität des Dispersionemediums, optische Konstanten) für die zu untersuchende Probe bekannt sein müssen, um eine volumenbewertende Korngrößenverteilung aus den Messergebnissen berechnen zu können. Diese probenspezifischen Daten sind durch vorherige Messungen sowohl mit rheologischen als auch mit optischen Messverfahren zu erheben und in geeigneter Weise, z.B. über spezielle Eingabemenüs für die jeweiligen Auswertverfahren zur Korngrößenbestimmung bereit zustellen. Die gesamte Verfahrenskette ist sehr zeitaufwendig, mit Messfehlern behaftet und nicht automatisierbar. Besonders einschränkend erweist sich zudem, dass die überwiegende Mehrheit der Korngrößenmessverfahren nur für verdünnte oder sogar hochverdünnte Stoffproben einsetzbar sind. Damit können viele Mikro- und Nanodispersionen nicht unter produktnahen Bedingungen vermessen werden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zu entwickeln, um ausgewählte physikalische und kolloidchemische Parameter (z.B. die Korngröße, die Korngrößenverteilung, die Hindrancefunktion und Indices der Strukturstabilität) für Dispersionsproben durch die Erfassung der räumlich und zeitlich aufgelösten Schwächung von eingestrahltten Wellen durch der Gravitation oder Zentrifugation unterworfenen mono- oder polydisersen Dispersionsproben automatisch zu bestimmen. Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass die Transmissionsänderungen, hervorgerufen durch Absorption und/oder Streuung, von Wellen einer oder mehrerer Wellenlängen über die gesamte Probenhöhe bestimmt, gespeichert und ausgewertet werden. Dabei werden neben den zu analysierenden Proben mit unbekannten Korngrößenverteilungen, gleichzeitig Referenzproben mit unterschiedlicher Volumenkonzentration und/oder bekannter Korngrößenverteilung mitgeführt und aus den unter identischen Messbedingungen gewonnen Ergebnissen der Referenzproben die für die Bestimmung der Korngrößenverteilung der unbekannten Proben unabdingbaren optischen Parameter sowie im Fall konzentrierter Proben die Hindrance- und Fluxfunktion berechnet. Überraschenderweise hat sich herausgestellt, dass die erfindungsgemäße Lösung auch die Ermittlung der relativen scheinbaren Viskosität sowie stoffspezifischer



2

Parameter rheologischer Gleichungen ermöglicht. Die erfindungsgemäße Ausstattung des Verfahrens ermöglicht die Entmischung im Gravitations- bzw. Zentrifugalfeld von z.B. 12 Küvetten und die Detektion der austretenden Intensität  $I_T(t, r)$  über die gesamte Probenhöhe mittels z.B. einer auf den Wellenlänge der Strahlungsquelle abgestimmten CCD-Zeile als Empfänger. Der Beobachtungsbereich kann dadurch vergrößert werden, dass eine CCD-Zeile oder andere geeignete punktförmige Sensoren schrittweise entlang der Küvette verschoben werden.

#### Ausführungsbeispiel: Korngrößenverteilung bei bekannten optischen Parametern

Aus der einstellbaren Lichtintensität der Lichtquelle  $I_0(t)$  und der Intensität, die vom Sensor für eine bestimmte Position in der Probe detektiert wird, wird ein Ortsprofil der Transmission  $I_T(t, r)$  bzw. Streuung  $I_S(t, r)$  und nach Logarithmierung des Verhältnisses  $I_0(t)$  zu  $I_T(t, r)$  das entsprechende Extinktionsprofil  $E_T(t, r)$  bestimmt. Wird die Messung zu verschiedenen Zeiten wiederholt ist es möglich bei einem suspendierten Feststoff, der eine größere Dichte als das Fluid besitzt, den zeitlichen Fortschritt der Sedimentation zum Küvettenboden zu beobachten und daraus die Korngrößenverteilung zu berechnen. Hierfür werden die folgenden beispielhaften Gleichungen benutzt (andere Funktionstypen sind durchaus möglich)

$$E(A_V, c_V) = A_V \cdot c_V \cdot L \cdot \left[ 1 - \exp \left( a + \frac{b_1}{A_V \cdot c_V} + \frac{b_2}{A_V^2 \cdot c_V} \right) \right] \quad (B)$$

$$x(r, t) = \sqrt{\frac{18 \cdot \mu_c}{(\rho_p - \rho_f) \cdot \omega^2 \cdot t} \cdot \ln \left( \frac{r}{r_0} \right)} \quad (A)$$

$$Q_3(x(r, t)) = \frac{\int_{E_{\min}}^{E(r)} \frac{r^2}{A_V(x(r, t))} dE(r)}{\int_{E_{\min}}^{E_{\max}} \frac{r^2}{A_V(x(r, t))} dE(r)} \quad (C)$$

$$c_V(r, t) = c_{V, \text{ges}} \cdot Q_3(x(r, t)) = \frac{E(r, t)}{Q_3(r, t) \cdot \int_0^\infty [A_V(x(r, t)) \cdot q_3(x(r, t))] dx} \quad (D)$$

$$\mu(c_V(r, t)) = \frac{\mu_{\text{app}}(c_V(r, t))}{\mu_c} \quad (E^*)$$

$$\Phi(c_V(r, t)) = \frac{c_V(r, t) \cdot (1 - c_V(r, t))^2}{\mu(c_V(r, t))} \quad (F)$$

$$\eta(c_v(r,t)) = \frac{\nu}{\nu_{Stokes}} = \frac{(1-c_v(r,t))^2}{\mu(c_v(r,t))} \quad (E)$$

$$x(r,t) = \sqrt{\frac{18 \cdot \mu_c}{(\rho_p - \rho_f) \cdot \omega^2 \cdot t \cdot \eta(c_v(r,t))}} \cdot \ln\left(\frac{r}{r_0}\right) \quad (G)$$

**Ausführungsbeispiel:** Bestimmung der Partikelgrößenverteilung einer Sedimentproben, Ermittlung der Extinktionskoeffizienten aus dem Extinktionsverlaufs einer Probe bekannter Verteilung

Im Beispiel wurde die Partikelgrößenverteilung anhand der Entmischungskinetik von 2 Sedimentproben (Fraktion < 63 µm) bestimmt.

Referenzmessung: Die Korngrößenverteilung wurde mittels Sedigraph (Sedimentation im normalen Erdschwerefeld, Detektion mittels Röntgenabsorption, Strahlungsschwächung proportional der Massenkonzentration) bestimmt. Die mit dem Sedigraph ermittelte Verteilung ist Tabelle 1 zu entnehmen

Tabelle 1

Ergebnisse der Sedigraph-Messungen (Annahme Kugelform, Partikeldichte 2.65 g/cm³)

Probe	m% < 2 µm	m% < 10 µm	m% < 16 µm	m% < 20 µm	m% < 50 µm	m% < 63 µm
A	56.1	92.4	97.1	98.7	99.3	99.1
B	64.7	95.3	99.6	100.3	101.1	100.6

Probenaufbereitung: Im ersten Schritt wurden die Sedimentproben auf eine Konzentration von ca. 1 m % unter Zusatz des Dispergierhilfsmittels Natriumpyrophosphat (0.13 m %) verdünnt. Im Anschluß wurden diese Dispersionen zur Einstellung einer günstigen Viskosität mit Zucker versetzt, so dass wässrige Dispersionen mit ca. 0.5 % Feststoff in 50 %-iger Zuckerlösung vorlagen. Die Sedimentdispersionen wurden 3 X 15 min in einem Ultraschallbad behandelt, um eine möglichst vollständige Dispergierung und Entgasung zu erzielen.

Experiment: Die Zentrifugalanalyse wurde mit 12 Proben gleichzeitig (jeweils 6 Parallelbestimmungen) unter Verwendung von Kunststoffküvetten mit einer Schichtdicke von ca. 2,2 mm bei einer Rotorgeschwindigkeit von konstant 500 Umdrehungen pro Minute durchgeführt. Probe A diente als Referenzprobe, d.h. die bekannte Verteilung dieser Probe wurde zur Ermittlung der Abhängigkeit des Extinktionskoeffizienten von der Partikelgröße genutzt. Diese Abhängigkeit wurde verwendet, um die Partikelgrößenverteilung der Proben B aus den Meßergebnissen zu berechnen und diese mit den Resultaten der Sedigraph-Messung der Probe B verglichen.

Die Bestimmung der kumulativen Partikelgrößenverteilung erfolgte auf Basis der Ermittlung des Massenanteils der Partikelfraktion, die zu verschiedenen Zeitpunkten, an denen die Transmission gemessen wurde, aus der Probe bereits vollständig

4

aussedimentiert ist. Für die Auswertung wurde der zeitliche Verlauf der über die Rotorposition von 106.5 bis 107.5 mm gemittelten Transmission genutzt. Diese Position liegt 6 mm oberhalb des Küvettenbodens. Der Durchmesser der Partikel  $x$ , welche zum Zeitpunkt der Messung bereits alle die Rotorposition 107 mm passiert haben, wurde anhand Gleichung 1 berechnet:

$$x^2 = (18 \cdot \eta \cdot (R_A - R_0)) / (t \cdot \omega^2 \cdot \Delta\rho \cdot (R_A + R_0)/2) \quad (\text{Gl. 1})$$

mit

$\Delta\rho$  Differenz der Dichte zwischen dispergiertem Stoff und Dispersionsmedium.

$\eta$  Viskosität des Dispersionsmediums.

$\omega$  Winkelgeschwindigkeit

$R_0$  radiale Position der Füllhöhe

$R_A$  mittlere radiale Position der Transmissionsanalyse

Es wurde mit den Werten für  $\eta$  15 cP,  $\Delta\rho$  1,4 g/cm<sup>3</sup> (gleichen Probendichte, wie für die Sedigraph-Messung zugrundegelegt) gerechnet.

Zur Datenanalyse ist eine Umrechnung der gemessenen Transmissionswerte  $T$  (%) in Extinktionswerte  $E_T(t, R_A)$  notwendig. Die experimentell ermittelten Transmissionswerte für die Proben sind dafür bzgl. der Transmission der nur mit dem Dispersionsmedium gefüllten Küvetten  $T_{\text{cell}}$  (Leerwert) entsprechend Gl. 2 zu korrigieren. Man erhält die zeitliche Änderung der Extinktion im Bereich von 106.5 bis 107.5.

$$E_T(t, R_A) = \lg(100 \% / T(t, R_A)) - \lg(100 \% / T_{\text{cell}}(t, R_A)) \quad (\text{Gl. 2})$$

Die Änderungen der Extinktion entsprechen der Änderung der lokalen Partikelkonzentration, die durch die Partikelfraktion verursacht wird, die aussedimentiert ist (Gl. 1).

Der zeitliche Verlauf der Extinktion  $E_T(t, R_A)$  wurde herangezogen, um mittels Extrapolation den Extinktionsausgangswert  $E_T(0, R_A)$  zu berechnen, welcher der ursprünglichen Konzentration und Größenverteilung der untersuchten Probe entspricht.

In erster Näherung kann die kumulative Partikelgrößenverteilung (unkorrigierte Werte) aus dem zeitlichen Verlauf der relativen Extinktionsänderung  $E_{\text{rel}} = E_T(t, R_A) / E_T(0, R_A)$  abgeschätzt werden.  $E_T(0, R_A)$  entspricht dem obersten Grenzwert der Verteilung beim Durchmesser 63  $\mu\text{m}$  (kumulativ - 100 % m/m) und einem Wert für  $E_{\text{rel}} = 1$ .  $E_{\text{rel}}$  entspricht in grober Näherung dem kumulativen Massenanteil der Partikel die nicht mehr im Meßbereich nachzuweisen sind, da sie bereits vollständig aussedimentiert sind (Gl. 1).

In diesem Fall ist die Kenntnis der Ausgangskonzentration nicht erforderlich, die Abhängigkeit des Extinktionskoeffizienten von der Partikelgröße wird jedoch vernachlässigt.

Im gegebenen Beispiel wurde diese Abhängigkeit aus dem gleichzeitig ermittelten Extinktionsverlauf der Probe A mit bekannter Größenverteilung berechnet. Hierzu waren die folgenden Schritte notwendig.

5

Aus den Angaben der kumulativen Partikelgrößenverteilung der Probe A für den Massenanteil von Partikeln kleiner 2, 10, 16, 20, 50 und 63  $\mu\text{m}$  wurde eine Verteilungsfunktion

% m/m =  $f(d [\mu\text{m}])$  rückberechnet, mittels der Ausgleichsfunktion

$$y = a / (1 + x^b) \quad (\text{Gl. 3})$$

Der über die Messung erfaßte Partikelgrößenbereich zwischen 1.5 und 63  $\mu\text{m}$  wurde in Unterfraktionen geteilt. Für diese Unterfraktionen wurden die Extinktionskoeffizienten ermittelt, indem die Änderungen der Massenanteile entsprechend Gl. 3 mit der Änderung der Extinktion ( $E_T(t, R_A)$ ) in diesem Bereich verglichen wurden.

Die Ausgleichsfunktion

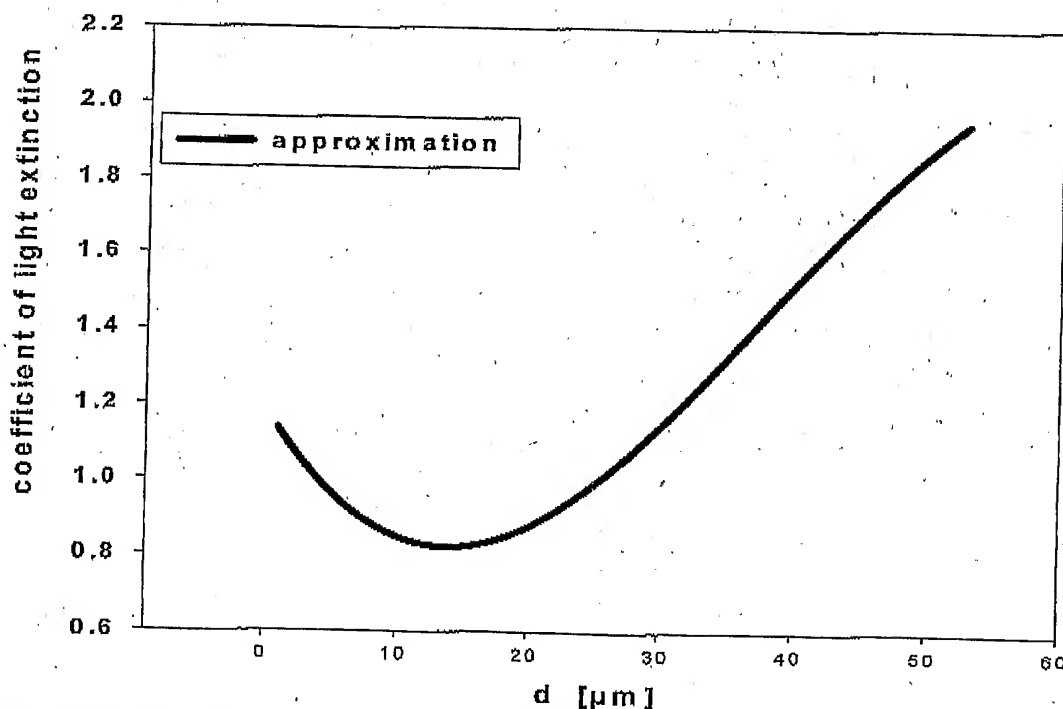
$$y = y_0 + a \cdot x + b \cdot x^2 + c \cdot x^3 \quad (\text{Gl. 4})$$

mit

y – Extinktionskoeffizient

x – Partikeldurchmesser

die aus diesen Extinktionskoeffizienten errechnet wurde, zeigt die folgende Abbildung



Ausgleichsfunktion der Extinktionskoeffizienten ermittelt für Probe A

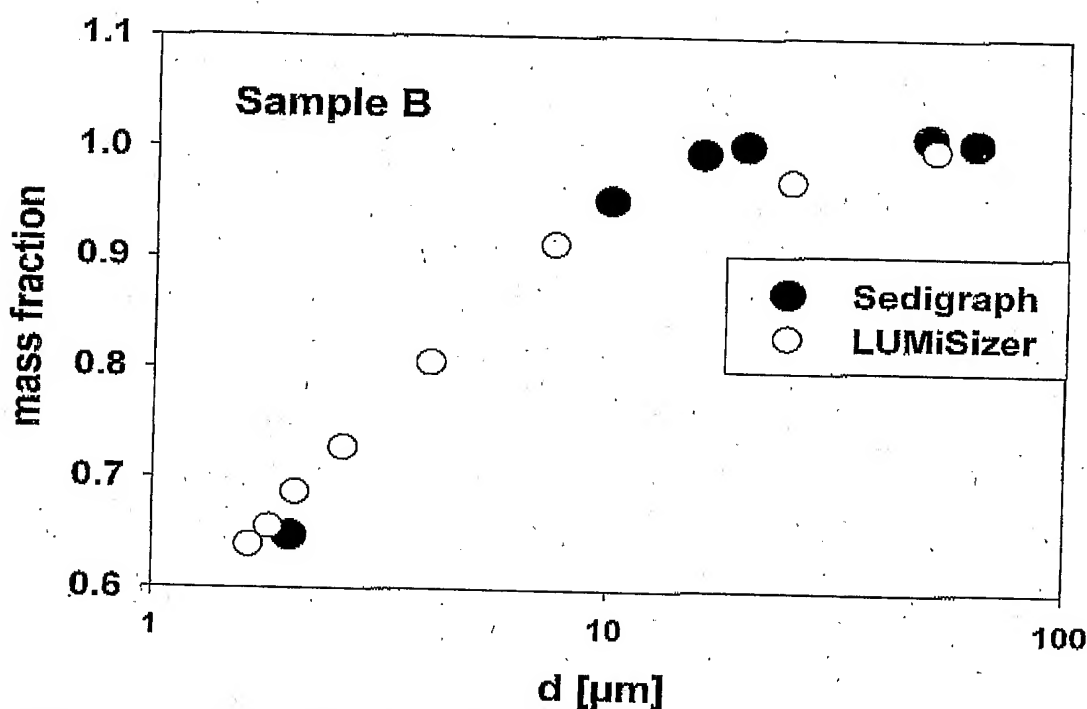
6

Diese Ausgleichsfunktion mit den ermittelten Parametern wurde genutzt, um die Partikelgrößenverteilung der Proben B aus den Meßdaten der analytischen Zentrifugation zu bestimmen.

Hierfür wurde der Bereich der Partikelgrößen wiederum in Unterbereiche geteilt. Deren Konzentration wurde anhand Gl. 4 aus der relativen Änderung der Extinktion und den jeweiligen Extinktionskoeffizienten (entsprechend der Mittelwerte der Partikeldurchmesser der Unterbereiche) berechnet. Die kumulative Partikelgrößenverteilung ergibt sich dann aus der Massenkonzentration der Ausgangsprobe und der Massenkonzentration der Unterfraktionen.

Die so bestimmten Verteilungsfunktionen zeigen eine sehr gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Sedigraph-Messungen (siehe folgende Abbildungen).

Es läßt sich also schlußfolgern, daß für einander ähnliche Proben, nach dem beschriebenen Verfahren eine routinemäßige Bestimmung der Korngrößenverteilung möglich ist.



Vergleich der Ergebnisse Sedigraph – LUMiSizer Probe B



7

**Ansprüche:**

1. Verfahren zur automatischen Bestimmung ausgewählter physikalischer und kolloidchemischer Parameter (z.B. die Korngröße, die Korngrößenverteilung, die Hindrancefunktion und Indices der Strukturstabilität) mittels Erfassung der Schwächung von eingestrahltten Wellen durch der Gravitation oder Zentrifugation unterworfenen mono- oder polydisersen Dispersionsproben, gekennzeichnet dadurch, dass
  - a) Während einer Zentrifugation zu beliebigen Zeiten simultan für mehrere, auch konzentrierte Proben mit bekannten und/oder unbekannten physikalischen und kolloidchemischen Eigenschaften, die den aktuellen Entmischungsstatus charakterisierende momentane Transmission  $I_T(t, r)$  und/oder die momentane Streuung  $I_S(t, r)$  der mit der Intensität  $I_0(t, r)$  eingestrahltten Wellen wiederholend für eine oder mehrere Wellenlängen über die gesamte Probenhöhe oder in bestimmten Regionen hochauflösend erfasst und gespeichert wird,
  - b) Das Extinktionsprofil  $E_T(t, r)$  durch Logarithmierung des Verhältnisses von  $I_0(t, r)/I_T(t, r)$  berechnet wird,
  - c) Dass aus zu unterschiedlichen Zeiten ( $t_1 \dots t_n$ ) nach b) ermittelten Extinktionsprofilen  $E_T(t, r)$  und der in diesen Zeitabschnitten ( $t(n-1) \dots t(n)$ ) erfolgten örtlichen Verschiebung von Regionen mit gleicher Extinktion die Entmischungsgeschwindigkeiten für frei auswählbare Extinktionen ermittelt werden,
  - d) Das aus dem Verhältnis der ermittelten Entmischungsgeschwindigkeiten für festgelegte Extinktionspercentilen ein Polydispersitätsindex berechnet wird
  - e) Dass aus Extinktionsprofilen  $E_T(t, r)$  für auswählbare Zeiten nach Gl. A extinktionsbewertete Verteilungen der Korngröße unter Normierung auf die maximale Extinktion dieses Profiles berechnet werden,
  - f) Dass es auf die stoffspezifische Extinktions - Konzentrations - Beziehung zurückgreift, die entweder aus Referenzmessungen bekannt sind, oder gleichzeitig Proben des zu vermessenden Stoffsystems mit bekannter, unterschiedlicher Volumenkonzentration entmischt werden und aus der konzentrationsabhängigen Schwächung und/oder Streuung mittels des Lambert Beerschen Gesetzes unter Berücksichtigung der Mehrfachstreuung z.B. nach Gl. B der Konzentrationseinfluß auf die Extinktion berechnet wird,
  - g) dass für die zu untersuchende Probe bzw. Proben der teilchengrößennabhängige volumenspezifische Extinktionsquerschnitt nach Mie unter Einbeziehung der Gerätekonstanten und bekannter oder experimentell aus entweder

8

der Messung der Extinktion von mindestens zwei monodispersen Referenzproben mit möglichst gleichen optischen Eigenschaften oder der Erfassung eines Extinktionsverlaufs von wenigstens eines polydispersen Stoffsystems mit möglichst gleichen optischen Eigenschaften sowie bekannter Partikelgrößenverteilungen durch Anpassung der aus Gl. C berechenbare größenabhängige volumenspezifische Extinktionsquerschnitts als Voraussetzung der zu ermittelnder probenspezifischer optischer Parameter berechnet wird.

- h) Dass aus ausgewählten Extinktionsprofilen zum Zeitpunkt  $t$  mit den in g bestimmten Extinktionsquerschnitten volumenbewertete Verteilungen der Korngröße nach Gl. A und C berechnet werden.
- i) Dass unter Verwendung der in h bestimmten volumenbewerteten Partikelgrößenverteilung, der in Punkt g ermittelten Größenabhängigkeit der volumenspezifischen Extinktionsquerschnitte und der in Pkt f ermittelten konzentrationsabhängigen Extinktion jeder radialer Position und der ihr über Gl. A zugeordneten Partikelgröße eine Volumenkonzentration (Konzentrationsprofil) entsprechend Gl. D. zugeordnet wird
- j) Dass aus der anfänglichen Veränderung der Konzentration der Proben mit bekannter Ausgangskonzentration (1f) die auf die Zentrifugationskonstante normierte Fluxfunktion (Gl. F) bestimmt wird,
- k) Dass aus j entsprechend Gl. E,  $E^*$  und F die konzentrationsabhängige Hindrancefunktion für das Stoffsystem bestimmt werden kann
- l) Dass die volumenbewertete Verteilung des Stokesschen Äquivalentdurchmessers für den Fall von Hindrancefunktionen ungleich 1 dadurch bestimmt wird, dass anstelle von Gl. A die Gl. G für die Schritte  $1e$  bis  $1k$  iterativ solange wiederholt wird, bis die Unterschiede zwischen den Konzentrationsprofilen aufeinander folgender Schritte unter einen vorzugebenen Wert liegen oder die Berücksichtigung der hydrodynamischen Hinderung (Gl. E) durch andere geeignete mathematische Algorithmen z.B. über die Definition einer Kostenfunktion Berücksichtigung finden.
- m) Dass die Bestimmung der Korngröße bzw. deren Verteilung für dispergierte Teilchen mit sowohl größerer als auch kleinerer Dichte als das Dispersionsmedium möglich ist.

2. Verfahren nach 1 dadurch gekennzeichnet, dass anstelle des positionsabhängigen Extinktionsprofils  $E_T(t, r)$  zur Zeit  $t$  an einer frei festzulegenden Position bzw. eines Bereiches  $(r \pm \delta r)$  der Küvette die

9

Extinktion als Funktion der Zeit ermittelt wird und daraus in Analogie zu 1f bis 1m die Korngrößenverteilung berechnet wird.

3. Verfahren nach 1 dadurch gekennzeichnet, dass aus der nach 1k ermittelten Hindrancefunktion unter Berücksichtigung der Volumenkonzentration die scheinbare relative Viskosität als Funktion von der Volumenkonzentration berechnet werden kann
4. Verfahren nach 1 dadurch gekennzeichnet, dass aus der Veränderung der Entmischungsgeschwindigkeit während der Entmischung der Sedimentationstyp und die kritische Volumenkonzentration für das Einsetzen von Konsolidierungsphänomenen bestimmt werden kann
5. Verfahren nach 1 dadurch gekennzeichnet, dass durch die Variation der Umdrehungszahl und der Messzeitabstände während einer Messung die erfassbare Spannweite der Größenverteilung sowie die Auflösung bzgl. der Korngrößenverteilung vergrößert werden können
6. Verfahren nach 1 u. 2 dadurch gekennzeichnet, dass bei bekannter Korngrößenverteilung aus dem Extinktionsprofil  $E_T(t, r)$  die Massendichteverteilung der Probe berechnet wird
7. Verfahren nach 1 u. 3 dadurch gekennzeichnet, dass aus den auf die jeweils wirkende Zentrifugalkraft bezogenen Sedimenthöhen für stufenweise veränderte Umdrehungszahlen Indices für das Konsolidierungsverhalten der Dispersionsproben errechnet werden können
8. Verfahren nach 1 bis 7 dadurch gekennzeichnet, dass die Steuerung der Zentrifuge und des Messaufnehmers einschließlich Strahlungsquelle sowie das Probenmanagement als auch der Datentransfer, das Datenhandling und die Datenspeicherung sowie alle Analyseschritte und die Dokumentation der Ergebnisse durch eine datenbankgestützte Software erfolgen.
9. Vorrichtung zur automatischen Bestimmung ausgewählter physikalischer und kolloidchemischer Parameter (z.B. die Korngröße, die Korngrößenverteilung, die Hindrancefunktion und Indices der Strukturstabilität) bestehend aus einer PC-gesteuerten vertikal oder horizontal angeordneten Multiprobenaufnahmeeinheit mit einer spektrometrischen Messeinrichtung mit monochromatischer, parallele Strahlung erzeugenden Quelle, welche für mehrere Proben simultan oder zeitlich versetzt während der Entmischung orts- und zeitaufgelöst die von der jeweiligen Dispersionsprobe gestreute bzw. transmittierte Strahlungsintensität über die gesamte Probenhöhe erfasst, digitalisiert und speichert.
10. Vorrichtung nach 9, gekennzeichnet dadurch, dass unterschiedliche, der Messaufgabe und/oder der Dispersionsprobe bezüglich der optischen Weglänge und des Materials angepasste Küvetten einsetzbar sind, der Küvettentyp automatisch detektiert wird und die für die Analyse der

10

Messergebnisse notwendigen Parameter bei der Berechnung der zu analysierenden Parameter automatisch über Datenbankeinträge zur Verfügung gestellt werden.

11. Vorrichtung nach 9 und 10, gekennzeichnet dadurch, dass proben- und messaufgabenabhängig Strahlungsquellen unterschiedlicher monochromatischer Wellenlängen wahlweise zum Einsatz kommen und deren Strahlungsintensität  $I_0(t, r)$  variierbar ist.
12. Vorrichtung nach 9 bis 11, gekennzeichnet dadurch, dass der Messraum thermostatiert ist und die Messungen bei wählbaren Temperaturen sowohl unter als auch über Raumtemperatur durchgeführt werden können.
13. Vorrichtung nach 9 bis 12, gekennzeichnet dadurch, dass die Multiprobenaufnahmeeinheit als Rotor ausgebildet ist und durch einen Motor mit programmierbaren variablen und/oder konstanten Umdrehungszahlen angetrieben wird.